

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-354966

(43)Date of publication of application : 26.12.2000

(51)Int.Cl.

B24D 3/00
B24B 37/00
B24B 37/04

(21)Application number : 2000-106708

(71)Applicant : TOSOH CORP

(22)Date of filing : 04.04.2000

(72)Inventor : KURAMOCHI TOSHIHITO
TAKATO SHUJI
KUBOTA YOSHITAKA

(30)Priority

Priority number : 11102362 Priority date : 09.04.1999 Priority country : JP

(54) POLISHING COMPACT AND POLISHING SURFACE PLATE USING IT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To reduce generation of a polishing waste liquid containing a large quantity of free abrasive grains and improve durability of a polishing compact by forming a polishing compact mainly composed of zirconia component, and specifying the bulk density, BET specific surface area and the average particle diameter.

SOLUTION: A polishing compact used in a machining process or a chemical mechanical polishing process of polishing a substrate material such as silicon wafer, a glass substrate, a ceramic substrate or the like or an optical material is mainly formed of zirconia component, and formed to satisfy the conditions that the bulk density is 0.5-5.2 g/cm³, BET specific surface area is 0.1-100 m²/g, and the average particle diameter is 0.005-50 μm. At this time, preferably the zirconia component is contained by 90 wt.% or more. As the zirconia component to be used, zirconium oxide or zirconium oxide containing a stabilizer is cited.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-354966

(P2000-354966A)

(43) 公開日 平成12年12月26日 (2000. 12. 26)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード (参考)
B 2 4 D 3/00	3 2 0	B 2 4 D 3/00	3 2 0 A
	3 3 0		3 3 0 Z
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	C
37/04		37/04	A

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2000-106708(P2000-106708)	(71) 出願人	000003300 東ソー株式会社 山口県新南陽市開成町4560番地
(22) 出願日	平成12年4月4日 (2000. 4. 4)	(72) 発明者	倉持 豪人 神奈川県横浜市青葉区たちばな台2-7-3
(31) 優先権主張番号	特願平11-102362	(72) 発明者	高東 修二 神奈川県相模原市旭町23-4-201
(32) 優先日	平成11年4月9日 (1999. 4. 9)	(72) 発明者	窪田 吉孝 神奈川県相模原市東林間2-6-5
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤

(57) 【要約】

【課題】 廃液の問題を軽減し、従来の研磨布を用いた方法と同程度以上の研磨仕上げで、被研磨材料を一層効率よく研磨でき、殊に被研磨材料としてビッカース硬度が650 kg/mm²以上の硬い材料に対しても有効に研磨できる研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤を提供する。

【解決の手段】 主としてジルコニア成分からなり、かさ密度が0.5~5.2 g/cm³、BET比表面積が0.1~100 m²/g、かつ平均粒子径が0.005~50 μmである研磨用成形体それを用いた研磨用定盤を用いる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】主としてジルコニア成分からなり、かさ密度が0.5～5.2 g/cm³、BET比表面積が0.1～100 m²/g、かつ平均粒子径が0.005～50 μmであることを特徴とする研磨用成形体。

【請求項2】請求項1に記載の研磨用成形体の細孔径分布において、細孔径が0.01～1 μmの細孔の積算容積が当該研磨用成形体の細孔の積算総容積の20%以上であることを特徴とする請求項1に記載の研磨用成形体。

【請求項3】請求項2に記載の研磨用成形体の細孔径分布において、細孔径が1～360 μmの細孔の積算容積が当該研磨用成形体の細孔の積算総容積の10～70%であることを特徴とする研磨用成形体。

【請求項4】請求項1～3に記載の研磨用成形体が付帯部品に固定されてなることを特徴とする研磨用定盤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコンウエハ、酸化物基板、化合物半導体基板、ガラス基板、セラミックス基板等の基板材料や光学材料などを研磨する加工プロセスや化学的機械的研磨（Chemical Mechanical Polishing、以下「CMP」という）プロセスで使用される研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】光学、エレクトロニクスなどの産業の進展に伴い、磁気ディスク、半導体基板、単結晶材料、光学材料等の加工に対する要求は非常に厳しくなっており、電子関係部品の仕上げ加工では材料表面を研磨加工して表面を平滑、平坦にする必要があった。このため、従来より、材料表面に遊離砥粒を含有した研磨液を連続的に流しながら不織布タイプやスウェードタイプのポリッシングパッド（研磨布）で磨くという研磨処理が行われており、この際に使用される遊離砥粒としては、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化鉄、酸化チタン、酸化マンガ、炭化ケイ素などが用いられていた。

【0003】しかしながら、このような遊離砥粒を用いた方法により研磨処理すると、用いられる研磨布の表面が柔らかいために研磨対象の材料（以下、「被研磨材料」という）の端部などが研磨中に研磨され過ぎ、被研磨材料の全面を一様に研磨できないという欠点があった。

【0004】また、研磨布を用いた従来の研磨方法では、遊離砥粒を含まない研磨液、例えばpHを調整した水等を用いることがほとんどの場合でできないために、遊離砥粒を含む研磨液を大量に使用する必要があり、その結果、遊離砥粒を大量に含有する研磨廃液が生じ、その処理等については研磨処理の効率、廃液処理の設備

2

面、環境への影響を考慮すると改善されるべきものであった。

【0005】このような課題に対し、例えば特開平4-256581号公報には砥粒粒子を合成樹脂で結合した合成砥石を研磨用として用いる固定方式の研磨方法が提案されている。これによれば、合成砥石を用いるために研磨布を用いた従来の研磨方法で生じていた被研磨材料の全面を一様に研磨できないという課題に対して効果的であることが示されている。

10 【0006】しかしながら、このような砥石では結合剤として使用している合成樹脂の樹脂分が研磨に携わる面にも存在するためにいわゆる目詰まりと同じ状況が発生しやすく、研磨効率、生産性が低くなってしまっていた。また、結合剤に合成樹脂を使用しているため、研磨加工条件によっては研磨加工プロセスでの被研磨材料への合成砥石からの不純物混入の影響も懸念されていた。

【0007】そこで、本発明者らは、例えば特開平10-264015号公報に開示されるように、研磨砥粒であるシリカを主成分とする研磨用成形体が研磨加工プロセスに適用できることを見出し、前記課題を解決するべく検討し、その結果、以下の知見を見出した。

【0008】1) 研磨用成形体の弾性率が研磨布と比較して大きいと、被研磨材料の端部等の角が研磨中に研磨され過ぎることが非常に少なくなり、被研磨材料の全面を一様に研磨することができる。

【0009】2) 研磨に携さわる研磨用成形体の表面が、その原料であるシリカ粉末により粗面となっていてシリカ粒子間に多数の細孔が存在するため、研磨加工におけるいわゆる目詰まりの発生を抑制することができる。

【0010】3) 研磨用成形体に樹脂分を含まないので研磨加工プロセスにおいても耐熱性、耐薬品性、耐水性等があり、そのため研磨液をその沸点付近の温度までの範囲で使用するこ

【0011】4) 研磨用成形体が砥粒として用いられるシリカから構成されており、研磨加工プロセスにおいて、研磨用成形体に起因する被研磨材料への不純物の影響を抑制することができる。

【0012】5) 研磨された被研磨材料の仕上がりが従来の研磨布を用いた方法と同程度であり、研磨速度の面でも同等以上であって、さらに研磨加工中においても研磨性能の経時的な劣化が少ない。

【0013】6) 研磨に携さわる研磨用成形体の表面が、その原料であるシリカ粉末により粗面となっており、これと被研磨材料とが直接接触するために、遊離砥粒を含まない研磨液を使用して基板材料等の研磨加工プロセスへの適用も可能となる。

【0014】7) たとえ遊離砥粒を含有する研磨剤、例

3

えば、酸化アルミニウム、酸化ケイ素、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化マンガン、酸化チタン、酸化マグネシウム、酸化鉄、酸化クロム、炭化ケイ素等の1種あるいはそれらの混合物など通常用いられているものを用いた場合でも、従来の研磨布を用いた方法よりも希薄な遊離砥粒濃度で十分に速い研磨速度となる。

【0015】このように本発明者らが特開平10-264015号公報に開示された研磨用成形体はシリコンウエハ、酸化物基板、化合物半導体基板、ガラス基板、セラミックス基板等の基板材料や光学材料などを研磨する加工プロセスやCMPプロセスに対して非常に好適なものであるが、被研磨材料が硬質になるほど研磨速度が小さくなる傾向があり、特にビッカース硬度が 650 kg/mm^2 以上の硬い材料に対しては研磨速度を高めることのできる研磨用成形体が望まれていた。

【0016】また、特開平10-337669号公報には無機砥粒を焼成して得られる砥石が開示されている。本公報では、砥石を構成する材質や粒径、気孔率、吸水率について記載されており、前記した特開平10-264015号公報と同様の効果が得られることが示されているが、被研磨材料として例示されているシリコンウエハの表面精度は中心線平均粗さで 3 nm 程度であり、また、研磨速度に関しては言及されていない。

【0017】これに対し、先の特開平10-264015号公報では、シリコンウエハの表面精度を万能表面形状測定器を用いて測定した結果が示されているが、装置の測定限界にあるため、本発明者らはより精度良く測定するため、原子間力顕微鏡(AFM)を用いた測定も行った。その結果、中心線平均粗さは $0.6\sim 1\text{ nm}$ であり、極めて優れた表面精度を得ることが可能であることが明らかとなった。

【0018】しかしながら、これらの例はシリコンウエハの研磨を主たる目的とするものであり、硬質の被研磨材料、特にビッカース硬度が 650 kg/mm^2 以上という硬い材料に対して実用的となるような、高精度な被研磨材料表面を高速に研磨できる性能を有した研磨用成形体が望まれていたのである。このような硬質の研磨材料を研磨し、極めて平滑かつ平坦な研磨面を工業的に得ることができれば、電子材料用基板や光学材料用基板への適用が可能となるのである。

【0019】

【発明が解決しようとする課題】本発明はこのような課題に鑑みてなされたものであり、その目的は半導体基板、酸化物基板、ガラス基板などの基板材料や精密加工を要する光学材料などを研磨する加工プロセスやCMPプロセスに適用できる、すなわち、遊離砥粒を含まないか少量の遊離砥粒を含む研磨液を使用するだけで有効に研磨できるように廃液の問題を軽減し、従来の研磨布を用いた方法と同程度以上の研磨仕上げで、被研磨材料を一層効率よく研磨でき、かつ研磨処理における研磨用成

4

形体の耐久性もあるために研磨作業を効率化でき、殊に被研磨材料としてビッカース硬度が 650 kg/mm^2 以上の硬い材料に対しても有効に研磨できる研磨用成形体及びそれを用いた研磨用定盤を提供することにある。

【0020】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、被研磨材料がビッカース硬度で 650 kg/mm^2 以上という硬質材料に対して、従来の方法と同程度以上の仕上げ面をより速い研磨速度で得るために、主として研磨砥粒であるジルコニア成分からなる粉末を用いて成形した成形体を加工して、かさ密度が $0.5\sim 5.2\text{ g/cm}^3$ 、BET比表面積が $0.1\sim 100\text{ m}^2/\text{g}$ 、かつ平均粒子径が $0.005\sim 50\text{ }\mu\text{m}$ である研磨用成形体とし、研磨加工プロセス、殊にCMPプロセスに用いることが必要であることを見出した。さらに、このような研磨用成形体を研磨用定盤として研磨装置に組み込むことで、研磨作業を効率化できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0021】以下、本発明を詳細に説明する。

【0022】＜研磨用成形体の特性＞本発明の研磨用成形体は、主としてジルコニア成分からなり、かさ密度が $0.5\sim 5.2\text{ g/cm}^3$ 、BET比表面積が $0.1\sim 100\text{ m}^2/\text{g}$ 、かつ平均粒子径が $0.005\sim 50\text{ }\mu\text{m}$ である。

【0023】ここで、本発明の研磨用成形体の成分は主としてジルコニア成分からなっており、ジルコニア成分が研磨用成形体の全重量に対して90重量%以上含まれるものが好ましく用いられる。ジルコニア成分としては、粉状であって、本発明の研磨用成形体へと加工できるものであれば特に限定されず、また、ジルコニア成分とは、酸化ジルコニウム、あるいは安定化剤を含む酸化ジルコニウムのことをいう。

【0024】安定化剤を含む酸化ジルコニウムにおいて用いられる安定化剤とは、酸化ジルコニウムに固溶させ、室温近傍の温度においても正方晶構造や立方晶構造を維持できる特性を有したものをいい、例えば酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化イットリウム、酸化インジウム、酸化スカンジウムや、酸化セリウム、酸化ネオジミウム、酸化ガドリニウム、酸化イットリビウム等の希土類酸化物等が挙げられるが、これら酸化物以外にも通常ジルコニアを安定化させることのできる物質であれば特に限定されるものではない。さらに、安定化剤は、1種単独のみならず2種以上を用いることもできる。

【0025】用いられる安定化剤の量としては、酸化ジルコニウムのモル数をA(モル)、安定化剤のモル数をB(モル)としたとき、下式(1)の範囲にあることで、酸化ジルコニウムの安定性をさらに向上させることができるため好ましい。

5

【0026】 $0 < B / (A + B) \leq 0.2$ (1)
尚、本明細書において、ジルコニア成分の量とはジルコニア成分を主成分とした研磨用成形体の原料粉末全量より水分を除いた残りの分を基準として計算されるものであり、原料粉末中の不純分としては灼熱減量等がある。また、上記の安定化剤は、酸化ジルコニウムに固溶してジルコニアを安定化するものであり、その量はジルコニア成分として計算される。

【0027】また、研磨の目的により、本発明の研磨用成形体の細孔等にあえて有機物を導入することもあるが、その場合、有機物を除いたものとして、かさ密度、BET比表面積、平均粒子径が前記した範囲にあればよい。

【0028】さらに、本発明の研磨用成形体の結晶相は、ジルコニア成分における単斜晶構造、正方晶構造、立方晶構造のいずれかの結晶構造の単一相あるいはそれらの混合相でもよく、または非晶質相が含まれていてもよい。

【0029】本発明の研磨用成形体は、その用途から、十分な強度、硬さを有していることが重要であると共に、構成している個々の粒子の強度や硬さも考慮しなければならない。ジルコニア成分を主成分とすることが必須である。本発明においては、研磨用成形体を構成している個々の粒子の硬さの指標として、その成分の相対密度99%以上となる緻密な焼結体を作製し、そのビッカース硬度を測定しているが、例えば、3モル%のイットリアを含む安定化ジルコニアのビッカース硬度は、JIS-R-1610の方法に準拠し、10kg負荷を10秒間かけた場合には1250kg/mm²程度である。この硬度よりもビッカース硬度の高い素材としては、アルミナ（酸化アルミニウム）や炭化ケイ素などがあり、これらの素材も硬質材料の研磨に適用できる可能性はあるものの、ジルコニア成分に比較して韌性に劣るため、研磨中での破損の頻度がジルコニア成分に比較して多くなりやすく、好ましくない。

【0030】このように、本発明の研磨用成形体はその組成としてジルコニア成分を含むものであるが、単にジルコニア成分を含んでいるだけでは研磨効率や成形体の耐久性、被研磨材料の仕上がりといった面で十分なものとはいえず、本発明では、研磨用成形体の緻密性や細孔構造を一定範囲のものとするすることで、その性能の向上を図っている。

【0031】すなわち、本発明の研磨用成形体のかさ密度の範囲としては、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、効率的に被研磨材料の平滑な面を得るために0.5~5.2g/cm³の範囲が好ましく、さらに0.8~4.5g/cm³の範囲が好ましい。かさ密度が0.5g/cm³を下回るとその形状を保てないほど形状保持性が悪くなるために研磨中に成形体自身が磨耗しやすくなり好ましくない。また、5.2g/cm³を

6

上回ると、逆に成形体自身の強度が高くなり過ぎ、被研磨材料が研磨中に損傷したり、研磨により研磨用成形体の表面が滑らかになり過ぎて研磨速度が低下するため好ましくない。

【0032】本発明の研磨用成形体のBET比表面積の範囲としては、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、被研磨材料の平滑な面を得るために0.1~100m²/gの範囲が好ましい。BET比表面積が100m²/gを超えると研磨用成形体の形状を保てないほど形状保持性が悪くなるために研磨中に成形体自身が磨耗しやすくなり好ましくない。また、0.1m²/gを下回ると、逆に成形体自身の強度が高くなり過ぎ、被研磨材料が研磨中に損傷したり、研磨により研磨用成形体の表面が滑らかになり過ぎて研磨速度が低下するため好ましくない。

【0033】研磨用成形体の平均粒子径の範囲としては、研磨用成形体の原料粉末より多孔体へ加工する成形処理が容易となり、また、得られる研磨用成形体を用いて研磨する際に、被研磨材料の平滑な面を得ることができるよう、0.005~50μm、さらに0.005~10μmの範囲が好ましい。この理由は、多くの場合、研磨用成形体の平均粒子径は小さいほど被研磨材料の表面精度は良くなる傾向にあるが、原料となるジルコニア成分よりなる粉末の1次粒子径が0.005μmよりも小さい粉末が得られにくいことから、實際上0.005μmよりも小さい平均粒子径の研磨用成形体も得られにくく、また、平均粒子径が50μmよりも大きくなると被研磨材料に欠陥を生じる等の問題が生じることがあるからである。尚、ここでいう平均粒子径とは、研磨用成形体表面のジルコニア成分粒子の粒子径を意味しており、例えば実施例に記載の通り、走査型電子顕微鏡（SEM）などにより測定できる。

【0034】さらに、このような特性を有する研磨用成形体の細孔径分布としては、例えば、実施例にも示されるような方法により得られ、以下に示すような細孔径分布となっていることが好ましい。

【0035】まず、細孔径が0.01~1μmの細孔の積算容積が研磨用成形体の細孔の積算総容積の20%以上であることが好ましい。これは、細孔径分布がこの範囲にあれば、研磨速度が速く、研磨効率の持続性が高くなるからである。

【0036】さらに、このような研磨用成形体において、細孔径が1~360μmの細孔の積算容積が研磨用成形体の細孔の積算総容積の10~70%であることが好ましい。これは、研磨加工中の目詰まり等の現象が生じる頻度をより抑えることができるからである。

【0037】このような研磨用成形体の圧縮強度は自ずと1kg/cm²以上となる。

【0038】以上に記載した本発明の研磨用成形体はそのまま硬質の被研磨材料の研磨加工に用いることができ

7

るが、さらに、研磨に先立って、研磨用成形体の細孔中に存在する開放気孔に研磨液に対して可溶性の物質（以下「可溶性固形物」という）を充填しておいてもよい。

【0039】可溶性固形物としては、実際の研磨加工に用いる研磨液に可溶性の無機化合物、有機化合物であり、研磨用成形体に充填・固化でき、研磨加工プロセスにおいて研磨液に接する部分より徐々に溶解し、被研磨材料中に不純物として残留しないものが好ましい。さらに、実用上は水系の研磨液を用いることが多く、目詰まり等を避けるために水に可溶性の固形物を用いることが好ましい。

【0040】その具体的な例としては、以下のものが挙げられる。

【0041】まず、KOH、NaOH、LiOHのようなアルカリ金属の水酸化物や、Mg(OH)₂、Ca(OH)₂のようなアルカリ土類金属の水酸化物といったアルカリが挙げられ、これらは基材となる研磨用成形体の耐久性を向上させるのみならず、研磨加工中にアルカリ成分を溶出させることで、例えばシリコンウエハを研磨する場合にはエッチングの効果も期待でき、そのため研磨液として蒸留水等のアルカリ分を含まないものであっても研磨が可能となる、という優れた効果を奏することができる。

【0042】また、LiF、NaCl、KClのようなアルカリ金属あるいはアルカリ土類金属の塩及びこれらの水和物などが挙げられ、これらは基材の研磨用成形体の耐久性を向上させるのみならず、被研磨材料がガラス基板等の場合には可溶性固形物より溶解する金属イオンがメカノケミカル作用に寄与することが期待でき、そのため研磨液として遊離砥粒を用いなくとも十分に研磨できる。

【0043】熱硬化性、嫌気硬化性、紫外線硬化性、熱可塑性などのエポキシ系樹脂、アクリル系樹脂、ポリオレフィン系樹脂等の樹脂類や、瞬間硬化性、接触硬化性、紫外線硬化性、嫌気硬化性などの瞬間系接着剤、弾性系接着剤、ホットメルト系接着剤、エラストマー系接着剤、エマルジョン系接着剤、熱硬化性樹脂系接着剤、熱可塑性樹脂系接着剤等の接着剤が挙げられ、これらは基材となる成形体の耐久性を向上させることができる。

【0044】水溶性ワックスなどのワックス類等が挙げられ、これらは基材となる成形体の耐久性を向上させることができる。

【0045】尿素などのアミン類、シュウ酸、マロン酸、リンゴ酸、クエン酸、乳酸、酒石酸などの有機酸類といった有機物が挙げられ、これらは基材の研磨用成形体の耐久性を向上させるのみならず、研磨速度を向上させることもできる。

【0046】これらの、研磨液に可溶性の無機化合物、有機化合物は、一種単独にて用いることができるが、2種以上を組み合わせることもできる。

8

【0047】研磨用成形体に充填される可溶性固形物の量としては、研磨用成形体の開放気孔の全容積の10容量%以上とすることが好ましい。可溶性固形物が10容量%よりも少なく充填されていると、研磨加工中における成形体の耐久性向上や消耗抑制の効果が小さくなってしまふことがある。

【0048】＜研磨用成形体の製造法＞本発明の研磨用成形体の製造方法は前記特性を有する研磨用成形体を得ることのできる方法であれば特に限定されるものではなく、ジルコニア成分からなる粉末を用いて成形する、あるいは成形の後に焼成等の加工処理を行うなどの方法を例示することができる。

【0049】さらに具体的に本発明の研磨用成形体の製造法を示すと、原料粉末に圧力をかけて成形して適当な形状、大きさの成形体とし、その後必要に応じて加工して研磨に用いられる成形体とするものである。

【0050】ここで、圧力をかけて成形する場合、例えばプレス成形等の成形法が例示でき、その圧力条件としては、特に限定されるものではなく、公知の条件にて行うことができる。また、鋳込み成形、射出成形、押し出し成形なども適用できる。

【0051】さらに、成形する際に原料粉末の成形性を向上させるために原料粉末に処理を施してもよい。その具体的な処理の方法としては、例えば圧密する方法などが挙げられるが、その条件は特に限定されるものではない。また、同様に原料粉末の成形性を向上させるため、スプレードライ法や転動法などにより造粒したり、バインダー、ワックス等を添加してもよい。

【0052】また、原料粉末よりジルコニア成分からなる成形体への成形性を向上させるために成形前に原料粉末へワックスやバインダーなどの有機物を添加する場合には、研磨用成形体への加工に際し、脱脂することが好ましい。脱脂の方法は特に限定されるものではないが、例えば大気雰囲気下での加熱による脱脂、又は窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性雰囲気中での加熱脱脂などが挙げられる。この時の雰囲気ガスの圧力は加圧下又は常圧下、場合によっては減圧下であってもよい。また同様に、成形性を向上させるために、水分を添加し、その後の焼成操作の前に乾燥させることもできる。

【0053】次に、成形体、殊にバインダーを取り除いた成形体は、一般的には強度が脆く、その強度を上げ、研磨加工に用いるためにその耐久性を向上させるために、得られた成形体に対して加熱による焼成等の加工を行うことが好ましい。しかし、耐久性を向上させる方法としては、加熱焼成に限定されるものではなく、例えば、成形体の細孔中に物質を導入する方法を採用することもできる。

【0054】加熱焼成の場合の焼成条件は特に限定されるものではないが、焼成温度、焼成時間、焼成プログラム、焼成雰囲気等を適宜選択すればよい。

9

【0055】このようにジルコニア成分からなる成形体より研磨用成形体への加工方法としては、加熱脱脂、加熱焼成、機械加工、化学処理、物理処理、あるいはこれらの組み合わせ等による方法が例示できるが、研磨用成形体として研磨作業に使用できる強度を付与できる加工方法であれば特に限定されるものではない。

【0056】＜研磨用定盤の構成＞次に、この研磨用成形体を研磨用の定盤として組み込み、さらにこれを用いて研磨する方法について説明する。

【0057】まず、研磨用成形体と研磨用の付帯部品とを用いて研磨用定盤が形成される。

【0058】ここで、付帯部品とは研磨用定盤を構成する種々の材質、形状の構造体であり、この付帯部品に対して研磨用成形体を以下に示される手法により配置し、固定することで研磨用定盤が形成される。両者の固定の方法としては、接着剤を用いて接着して固定する方法、付帯部品に凹凸を形成させ、その固定場所へ埋め込む方法など、本発明の目的を達成できる方法であれば制限なく用いることができる。

【0059】研磨用成形体を研磨用の付帯部品へ固定する際の研磨用成形体の個数については、1個又は2個以上用いばよく、さらに2個以上用いることが好ましい。この理由としては、1) 研磨加工プロセスにおいて用いられる研磨液を研磨中に適切に排出することで研磨速度を向上させるためである。このため、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、研磨用成形体の間の隙間より研磨液の排出ができる。また、1個を用いた場合には、成形体の研磨面の側に研磨液を排出できる適当な溝の構造を持たせることが好ましい。2) また、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、被研磨材料への当たりが良くなり、被研磨材料全面の研磨速度に偏りなく、効率よく研磨できるようになる。

【0060】用いられる研磨用成形体の形状は特に限定されるものではなく、研磨用成形体が研磨用の付帯部品へ装着できるものであればどのような形状のものも採用できる。例えば円柱状ベレットや、四角柱状ベレット、三角柱状ベレットなどの角柱状ベレット、扇型柱状ベレット、あるいはそれらの中心を繰り抜いたリング状ベレット等を例示でき、さらには、被研磨材料との接触面が直線と曲線を組み合わせてできるあらゆる形状のものも例示できる。又、その大きさは通常用いられる範囲であれば特に限定されるものではなく、研磨用定盤中の研磨用成形体を組み込むための付帯部品の大きさに応じて決められる。

【0061】本発明において用いられる研磨用成形体を研磨用定盤として配置する際の配置方法の態様としては、上記記載の研磨用成形体の特性を有するものを組み合わせるのであれば特に限定されるものではなく、例えば、研磨用成形体の小片を組み合わせて一体化する方

10

法、大きな円板に埋め込む方法などが挙げられる。

【0062】このような研磨用成形体を2個以上研磨用定盤へ配列させる場合には配置された研磨用成形体の研磨面を被研磨材料の形状に合うように整えることが望ましい。この場合、付帯部品についてその形状に合ったものを選択しても良い。例えば、被研磨材料表面が平坦な場合にはその研磨用成形体の被研磨材料との接触面を平坦化することが望ましく、曲面状の場合にはそれに合った曲面状とすることが望ましい。これは、得られた研磨用定盤を用いて研磨加工する際に、被研磨材料と研磨用成形体が直接接触できるようになっているため、その接触面を多く取ることができるようにするためである。特に平坦化する場合は、研磨用定盤からの垂直方向の高さに対してばらつきがないように配置することが好ましい。

【0063】＜研磨用定盤を用いた研磨方法＞このようにして研磨用定盤に研磨用成形体を組み込むわけであるが、本発明の研磨用定盤を用いて研磨する方法においては、定盤として研磨加工プロセスにおいて使用されるものであれば、その形状、研磨条件、研磨液等の使用の有無等については特に限定されるものではない。例えば、研磨液を使用する場合には、従来より用いられてきた研磨液を用いることでよく、例えば水、水酸化カリウム水溶液、水酸化ナトリウム水溶液、アミン、有機酸を含む水溶液などを用いることができ、その温度もこれら研磨液の沸点よりも低い温度の範囲であれば、特に限定されるものではない。また研磨液の流量に関しても特に限定されるものではない。研磨条件に関しても、加工圧力、被研磨材料と定盤の研磨加工中の相対速度（研磨用定盤の回転速度）など、特に限定されるものではない。

【0064】ここで研磨用定盤とは、組み込まれた研磨用成形体が被研磨材料に対して直接接触して研磨するために用いられ、研磨加工プロセスにおいて十分な強度を有し、かつ被研磨材料を研磨できる性能を有しておれば良い。従って、その形状としては、被研磨材料と同じ形状を有するだけでなく、必要に応じて非平面の形状を有していてもよい。例えば、平板状、円盤状、リング状、円筒状等を挙げることができる。

【0065】また、本発明の研磨方法においては研磨布を用いないため、研磨中に従来の方法において見られた、研磨布の性能劣化によるその取換え等による研磨作業の中断については、本発明の研磨用成形体を用いることで耐久性が向上し、取り替え頻度を減少できるため研磨作業の効率化が達成できるという利点を有している。

【0066】さらに、従来の研磨剤による方法において生じる遊離砥粒を含んだ研磨廃液については、本発明の研磨用成形体を用いることで遊離砥粒を用いなくなるか少量用いるだけであるため、研磨廃液中の遊離砥粒や研磨により生じた粒の量が少なくなり、廃液処理の問題が軽減される。例えば、研磨廃液に対して光を照射した場

11

合の透過率が従来の方法におけるものよりも高くなることで、研磨廃液中に不要となった粒の混入量が少なくなることが確認できる。このような研磨廃液の問題を考慮すると、研磨廃液の600nmにおける透過率が水の10%以上が特に好ましく、このような廃液の透過率となるような研磨液を用いることが望ましい。もちろん、本発明の研磨用成形体を用いた場合、研磨液の使用の有無は限定されないため、研磨液を用いない場合は廃液は生じないことになる。なお、ここで用いられる遊離砥粒は特に限定されるものではなく、その材質や粒径などは目的に応じて適宜選択される。

【0067】本発明の研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤は、半導体基板、酸化基板、ガラス基板などの基板材料、磁気ヘッド材料、ガラス、金属材料、レンズ等の光学材料、建築分野等に使用される石材等の研磨、またCMP工程にも有用である。この内、従来の研磨布を用いた方法に比べ面だれがないために研磨された材料を有効にできることもあり、基板材料やCMP工程に好ましく用いられ、半導体構造等を平坦化するのに特に有用である。

【0068】

【実施例】以下、本発明を実施例を用いてさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、各評価は以下に示した方法によって実施した。

【0069】～構成成分含有量の測定～

研磨用成形体の原料粉末又は研磨用成形体中の構成成分として、ジルコニア成分（安定化剤も含む）、水分量、灼熱減量（Loss on Ignition、以下「I gロス」という。）を以下に示す方法により測定した。

【0070】全ジルコニア成分は、ICP法により測定し、酸化物の量に換算して求めた。

【0071】水分量は、原料粉末を110℃、2時間の加熱処理による処理前後の重量変化により求めた。

【0072】I gロスは、原料粉末を110℃、2時間加熱して水分を取り除いた試料をもととし、さらに1100℃で加熱処理し、その処理前後の重量変化により求めた。

【0073】～研磨用成形体のかさ密度～

100mm×100mm×15mm（厚さ）の平板状試料を作製し、サンプルとした。このサンプルを電子天秤で測定した重量と、マイクロメータで測定した形状寸法とから算出した。

【0074】～研磨用成形体のBET比表面積～

研磨用成形体を砕いた後、MONOSORB（米国QUANTACHROME社製）を用い、BET式1点法により測定した。

【0075】～研磨用成形体の平均粒子径～

研磨用成形体の一部を、走査型電子顕微鏡ISI DS 50

12

＝130（明石製作所製）で観察し、ジルコニア成分からなる粒子部分のみを考慮してインタセプト法により求めた。

【0076】～細孔径分布～

研磨用成形体の細孔径の分布に関しては、水銀ポロシメータ（島津製作所製、ポアサイズ9320）を用い、水銀圧入法により0から270MPaの圧力範囲で測定した。本測定で測定可能な細孔径の範囲は0.006～360μmであり、この範囲の細孔径に対する容積を細孔の積算総容積とした。

【0077】～圧縮強度～

JIS-R-1608に準拠し、10mm×10mm×7mm（厚さ）の試料を作製し、島津オートグラフIS-10T（島津製作所製）を用い、クロスヘッド速度0.5mm/分で負荷を加えて測定した。

【0078】～被研磨材料のピッカース硬度～

JIS-R-1610に準拠して、鏡面仕上げされた被研磨材料表面に微小硬度計MVK-E（明石製作所製）を用いて、試験荷重100g、荷重保持時間10秒の条件で圧子を圧入して常温でピッカース硬度を測定した。

【0079】～研磨試験～

実施例については、表1に示した特性の研磨用成形体（直径25mm、厚さ5mmの円柱状）を作製し、この研磨用成形体を研磨装置PLANOPOL/PEDEM AX2（Struers製）の下定盤（直径300mm）に100個装着し、成形体の表面を平坦に整えた。次いで、この装着された成形体と、表2、表3、表4に示した被研磨材料（45mm×45mm角、研磨前の中心線平均粗さ（Ra）は約200nm）を用い、下定盤回転数300rpm、定盤への被研磨材料の所定の加工圧力、すなわち、ガラス及びタンタル酸リチウム（LiTaO₃）に対しては200g/cm²、石英ガラスに対しては100g/cm²にて、所定の研磨液を200ml/分の速度で滴下しながら20分間研磨した。研磨後の表面を顕微鏡（OLYMPUS製、型式：BH-2）で観察した。評価に際しては、極めて平滑でスクラッチ等のない良好な面である場合を○、平滑にもならず研磨加工できない場合を×とした。

【0080】～表面精度～

研磨処理後の被研磨材料の表面粗さを原子間力顕微鏡（AFM）SPI3600（SII社製）を用い、コンタクトモードによる斥力測定法により測定した。測定は被研磨材料の5μm×5μmの範囲を3領域ずつ任意に測定して平均し、中心線平均粗さ（Ra）にて評価した。

【0081】～研磨速度～

研磨試験後の被研磨材料の厚さをダイヤルゲージで測定することで算出した。速度の算出にあたっては、被研磨材料の被研磨面の任意の10点の位置の厚さを試験前後で測定して、1分間あたりの研磨速度とし、これらの平

13

均値を研磨速度（単位は、 $\mu\text{m}/\text{分}$ ）とした。

【0082】～研磨廃液の透過率～

研磨試験により生じる研磨廃液の濁度を分光光度計（日本分光製、型式：Ubest-55）を用い、精製水を基準として波長600nmにおける透過率を測定して評価した。測定結果では、透過率が高い場合は研磨廃液中の遊離砥粒量が少ないことを示し、低い場合は逆に多いことを示す。

【0083】＜研磨用成形体の製造・評価＞表1に示す特性の粉末を原料とし、さらに研磨用成形体1及び10 10 以外は、馬鈴薯でんぷん、ポリビニルアルコール粉末、メタクリル酸粉末、パラフィンワックス粉末の内の1種を添加して混合し、これらの粉末あるいは混合粉末を50～3000kg/cm²の圧力で成形して成形体を得、これを700～1500℃で焼成して研磨用成形体1～11を得た。これを上記の方法により評価し、表1にその結果として、研磨用成形体のかさ密度、BET比表面積、平均粒子径、弾性率、表面硬度、圧縮強度、さらに、細孔分布としての、研磨用成形体の細孔の積算総容積に対する0.01～1 μm 及び1～360 μm の細 20 孔径の積算容積の比率を示す。

【0084】

【表1】

14

研磨用成形体No.											
原料粉末	ジルコニア成分組成										
	酸化ジルコニア(重量%)										
	安定化剤の種類										
	安定化剤組成(重量%)										
研磨用成形体	シリカ成分組成										
	不純物										
	水分(重量%)										
	pH(重量%)										
研磨用成形体	かさ密度										
	BET比表面積										
	平均粒子径										
	細孔径0.01~1μm										
研磨用成形体	細孔径1~360μm										
	圧縮強度										
	(kg/cm ²)										
	(kg/cm ²)										

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
原料粉末	94.8	94.8	94.8	94.8	94.8	96.6	83.7	99.6	94.8	94.8	-
	Y ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	MgO	CeO ₂	-	Y ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	-
	5.1	5.1	5.1	5.1	5.1	3.1	16.1	-	5.1	5.1	-
研磨用成形体	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	91.1
	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	5
	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	3.9
	3.9	4.1	2.3	3.5	1.3	2.2	3.1	1.9	0.2	5.9	0.6
研磨用成形体	3.3	2.1	3.0	2.3	22	14	8	13	23	0.2	25
	0.35	0.52	0.33	0.54	0.04	0.07	0.12	0.08	0.04	4.8	0.11
	92	48	72	36	69	58	66	70	72	5	88
	6	39	27	22	28	40	31	28	26	92	11
研磨用成形体	≥500	≥500	480	260	150	82	93	79	≤0.5	≥500	42

40 【0085】＜研磨用成形体による研磨とその評価＞

A. 蒸留水を用いた研磨

実施例1～5、比較例1～3

表2に示される、45mm×45mm角の形状を有した被研磨材料（これらの組成は、ガラス、石英ガラス又はタンタル酸リチウム(LiTaO₃)）及び研磨用成形体を各々の実施例及び比較例において用い、研磨液を蒸留水として上記の研磨試験に従って研磨した。表2には研磨試験により得られた被研磨材料の平滑性（研磨後の表面の状態）、研磨速度、表面精度としての中心線平均粗さ(Ra)を示すと共に、研磨試験後の研磨廃液の透 50

過率も合わせて示す。

【0086】

*【表2】

*

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
用いた研磨用成形体No.		1	2	3	3	3
被研磨材料	材質	ガラス	ガラス	ガラス	LiTaO ₃	石英
	ビッカース硬度(kg/mm ²)	720	720	720	880	870
研磨液		蒸留水	蒸留水	蒸留水	蒸留水	蒸留水
評価	平滑性	○	○	○	○	○
	研磨速度(μm/分)	0.09	0.15	0.24	0.13	0.20
	中心線平均粗さ(nm)	2.35	2.43	2.18	—	0.21
	研磨廃液の透過率(%)	88	84	84	85	86
		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	
用いた研磨用成形体No.		9	10	11	—	
被研磨材料	材質	ガラス	ガラス	ガラス	ガラス	
	ビッカース硬度	720	720	720	720	
研磨液		蒸留水	蒸留水	蒸留水	蒸留水	
評価	平滑性	—	×	○	—	
	研磨速度(μm/分)	—	—	≤0.01	—	
	中心線平均粗さ(nm)	—	—	2.28	—	
	研磨廃液の透過率(%)	—	—	89	—	

【0087】表2から分かるように、実施例1～5においては、蒸留水を研磨液として用いても被研磨材料は速やかに研磨できた。一方、比較例1では研磨用成形体が破損し研磨できなかった。比較例2では研磨された被研磨材料表面の平滑性が悪いものであった。比較例3のシリカを主成分とした研磨用成形体では研磨速度が遅かった。

【0088】比較例4

市販の発泡ウレタンのポリッシングパッドを研磨装置P 30 LANOPOL/PEDEMAX2 (Struers 製) の下定盤(直径300mm)に貼付し、定盤回転数300rpm、被研磨材料としてガラス(45mm×45mm角)を用い、これに所定の加工圧力を加え、研磨液として蒸留水を用い、研磨液を200ml/分の速度で滴下しながら研磨した。しかしながら、その研磨速度は測定できないほど極めて遅かった。

【0089】B. 遊離砥粒としてジルコニア砥粒を含有する研磨液を用いた研磨

実施例6～15、比較例5～7

表3に示される、45mm×45mm角の形状を有した被研磨材料(これらの組成は、ガラス、石英ガラス又はタンタル酸リチウム(LiTaO₃))及び研磨用成形体を、各々の実施例及び比較例において用い、研磨液として市販の平均粒径0.2μmのジルコニア砥粒を表3に示した濃度となるように蒸留水で希釈したもの(表中、研磨液Aと表示)を用いて、上記の研磨試験に従って研磨した。表3には研磨試験により得られた被研磨材料の平滑性(研磨後の表面の状態)、研磨速度、表面精度としての中心線平均粗さ(Ra)を示すと共に、研磨試験後の研磨廃液の透過率も合わせて示す。

【0090】

【表3】

用いた研磨用成形体No.	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15
被研磨材料	ガラス	ガラス	ガラス	ガラス	ガラス	ガラス	LiTaO ₃	LiTaO ₃	石英	石英
ビッカース硬度	720	720	720	720	720	720	880	880	870	870
研磨液A	5	10	5	5	5	5	5	5	5	5
評価	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
研磨速度 (μm/分)	0.72	0.76	0.88	0.94	1.02	0.68	0.42	0.48	0.64	0.68
中心線平均粗さ (nm)	2.85	2.67	2.05	2.01	2.48	2.25	—	—	0.26	0.25
研磨廃液の透過率 (%)	22	12	17	13	16	12	22	16	24	17

用いた研磨用成形体No.	比較例5	比較例6	比較例7	比較例8
被研磨材料	ガラス	LiTaO ₃	石英	ガラス
ビッカース硬度	720	880	870	720
研磨液A	5	5	5	20
評価	○	○	○	○
研磨速度 (μm/分)	0.52	0.22	0.55	0.53
中心線平均粗さ (nm)	2.12	—	0.31	4.25
研磨廃液の透過率 (%)	18	19	17	1

【0091】比較例8

被研磨材料として、45mm×45mm角の形状のガラスを用い、研磨液として市販の平均粒径0.2μmのジルコニア砥粒を従来行われている砥粒濃度の20重量%となるように蒸留水で希釈したものを用いて、比較例3と同様にして研磨した。表3には研磨試験により得られた被研磨材料の平滑性（研磨後の表面の状態）、研磨速度、表面精度としての中心線平均粗さ（Ra）を示すと共に、研磨試験後の研磨廃液の透過率も合わせて示す。

【0092】以上の実施例6～15で用いたジルコニア成分を主成分とする研磨用成形体では被研磨材料は速や

40 かに研磨できた。これに対し、比較例5～7で用いたシリカを主成分とする研磨用成形体ではビッカース硬度の異なる各々の被研磨材料に対し、いずれも実施例と比較すると研磨速度が遅かった。

【0093】また、比較例8に示したように、研磨布であるポリッシングパッドと遊離砥粒を用いることで被研磨材料を研磨することはできるものの、研磨廃液の透過率が低く、廃液中の遊離砥粒量が多くなることが分かる。

【0094】C. 遊離砥粒としてセリア砥粒を含有する研磨液を用いた研磨

19

実施例16～17、比較例9～10

表4に示される、45mm×45mm角の形状を有した被研磨材料（これらの組成は、ガラス、石英ガラス又はタンタル酸リチウム（ LiTaO_3 ）及び研磨用成形体を、各々の実施例及び比較例において用い、研磨液として市販の平均粒径0.5 μm のセリア砥粒を表4に示した濃度となるように蒸留水で希釈したもの（表中、研*

20

*磨液Bと表示）を用いて上記の研磨試験に従って研磨した。表4には研磨試験により得られた被研磨材料の平滑性（研磨後の表面の状態）、研磨速度、表面精度としての中心線平均粗さ（ R_a ）を示すと共に、研磨試験後の研磨廃液の透過率も合わせて示す。

【0095】

【表4】

		実施例16	実施例17
用いた研磨用成形体No.		4	1
被研磨材料	材質	ガラス	石英
	ビッカース硬度	800	870
研磨液A	砥粒濃度（重量%）	5	5
評価	平滑性	○	○
	研磨速度（ $\mu\text{m}/\text{分}$ ）	0.41	0.46
	中心線平均粗さ（ nm ）	2.88	0.34
	研磨廃液の透過率（%）	14	22
		比較例9	比較例10
用いた研磨用成形体No.		11	11
被研磨材料	材質	ガラス	石英
	ビッカース硬度	800	870
研磨液A	砥粒濃度（重量%）	5	5
評価	平滑性	○	○
	研磨速度（ $\mu\text{m}/\text{分}$ ）	0.20	0.25
	中心線平均粗さ（ nm ）	2.84	0.28
	研磨廃液の透過率（%）	18	19

【0096】以上の実施例16～17で用いたジルコニア成分を主成分とする研磨用成形体では被研磨材料は速やかに研磨できた。これに対し、比較例8～9で用いたシリカを主成分とする研磨用成形体では、ビッカース硬度の異なる各々の被研磨材料に対し、いずれも実施例と比較すると研磨速度が遅かった。

【0097】

【発明の効果】本発明によれば、研磨加工プロセス中に遊離砥粒を大量に含有する研磨廃液が生じることを低減し、従来法と同程度以上の表面精度に基板材料や光学材料などを研磨加工することができ、また研磨処理における研磨用成形体の耐久性もあるため、研磨加工プロセスに有用である。さらに、硬度が高い被研磨材料に対しても迅速かつ良好な仕上げで研磨できるものである。